

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-015697

(43)Date of publication of application : 18.01.2002

(51)Int.Cl.

H01J 49/04

G01N 27/62

H01J 49/10

(21)Application number : 2000-198225

(71)Applicant : JEOL LTD

(22)Date of filing : 30.06.2000

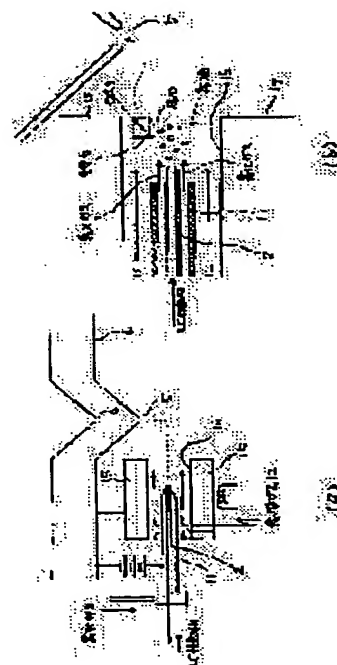
(72)Inventor : KOBAYASHI TATSUJI

## (54) ELECTROSPRAY ION SOURCE

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an electrospray ion source by which sample droplets and dry gas are easily mixed with each other even when a flying space between a spray nozzle and a counter electrode is not widened, and consequently the sample droplets sprayed can be dried (solvent removal) with good efficiency.

**SOLUTION:** A tip portion of a spray nozzle is arranged in a substantially concentric or coaxial state inside a cylindrical heater, and a predetermined potential difference is given between the spray nozzle and the inner wall of the cylindrical heater.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.04.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-15697

(P2002-15697A)

(43) 公開日 平成14年1月18日 (2002.1.18)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード(参考)
H 0 1 J 49/04		H 0 1 J 49/04	5 C 0 3 8
G 0 1 N 27/62		G 0 1 N 27/62	G
			X
H 0 1 J 49/10		H 0 1 J 49/10	

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-198225(P2000-198225)

(22) 出願日 平成12年6月30日(2000.6.30)

(71) 出願人 000004271

日本電子株式会社

東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号

(72) 発明者 小林達次

東京都昭島市武蔵野三丁目1番2号 日本

電子株式会社内

Fターム(参考) 5C038 EED2 EF04 EF26 GC08 GH05

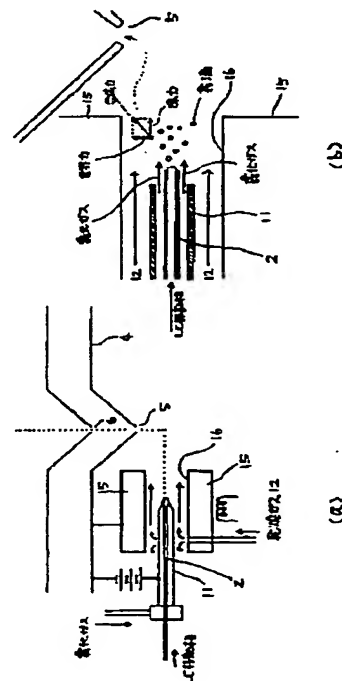
GH08 GH09 GH11

(54) 【発明の名称】 エレクトロスプレー・イオン源

(57) 【要約】

【課題】霧化ノズルと対向電極の間の飛行空間を大きく取らなくても、試料液滴と乾燥ガスが容易に混じり合い、その結果、霧化した試料液滴を効率良く乾燥（脱溶媒化）させることのできるエレクトロスプレー・イオン源を提供する。

【解決手段】霧化ノズルの先端部を筒状ヒーターの内側にはほぼ同心・同軸状に配置し、霧化ノズルと筒状ヒーター内壁との間には、所定の電位差を与えるようにした。



れない10マイクロリットル以上の大流量の試料溶液を、霧化ガスによって強制的かつ完全に霧化させるように構成した、比較的最近のシステムである。これらの例では、試料液滴を乾燥（脱溶媒化）させるための乾燥ガス12を加熱するヒーター13と、対向電極4との位置関係に工夫が凝らされている。すなわち、図2の（a）では、霧化ノズル11の軸線と、ヒーター13の軸線と、対向電極4に設けられたサンプリング・オリフィス5の軸線とが、お互いに斜めの角度で交差するように配置されている。また、図2の（b）では、霧化ノズル11の軸線と、対向電極4に設けられたサンプリング・オリフィス5の軸線とが、お互いに直角に交わり、かつ、霧化ノズル11の先端部に対して、斜め後方から後追いの形で、環状ヒーター14で加熱された乾燥ガス12が吹き出すように配置されている。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】このような構成において、従来のエレクトロスプレー・イオン源の問題点は、霧化ノズルから吹き出す試料液滴とヒーターから吹き出す乾燥ガスとがお互いに混じり合いにくく、霧化された液滴の乾燥（脱溶媒化）が十分に行なわれなかったことである。その結果、液滴の粒径が大きいまま、質量分析計に試料溶液が導入されてしまい、質量分析計内でイオンビームが安定しづらいという問題があった。また、粒径の大きな液滴は、帯電粒子のままでイオン化せず、質量分析計の最終イオン検出器まで行き着くことができないので、装置感度の向上に寄与せず、試料イオンの検出感度が低いという問題があった。また、特に試料溶液の流量が大きい場合には、霧化された液滴の乾燥（脱溶媒化）の効率を上げるために、キャピラリー2を含む霧化ノズル11と対向電極4との間の飛行空間を大きく取る必要があったので、イオン化のための電界強度が低下しないように霧化ノズル11と対向電極4の間の電位差を大きく設定しなければならないという問題や、飛行距離が長いと試料が空中に拡散し、結局、感度が低下してしまうという問題があった。

【0012】本発明の目的は、上述した点に鑑み、霧化ノズル11と対向電極4の間の飛行空間を大きく取らなくても、試料液滴と乾燥ガスが容易に混じり合い、その結果、霧化した試料液滴を効率良く乾燥（脱溶媒化）させることのできるエレクトロスプレー・イオン源を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、本発明にかかるエレクトロスプレー・イオン源は、霧化ノズルの先端部を筒状ヒーターの内側に配置したことを特徴としている。

【0014】また、前記霧化ノズルは、ヒーター穴の内側にほぼ同心・同軸状に設置されていることを特徴としている。

【0015】また、前記霧化ノズルと筒状ヒーター内壁との間には、所定の電位差が与えられていることを特徴としている。

【0016】また、前記霧化ノズルの先端部から噴出する試料液滴の噴出方向とほぼ一致する方向に、試料液滴を乾燥（脱溶媒化）させるためのガスを流すようにしたことを特徴としている。

【0017】

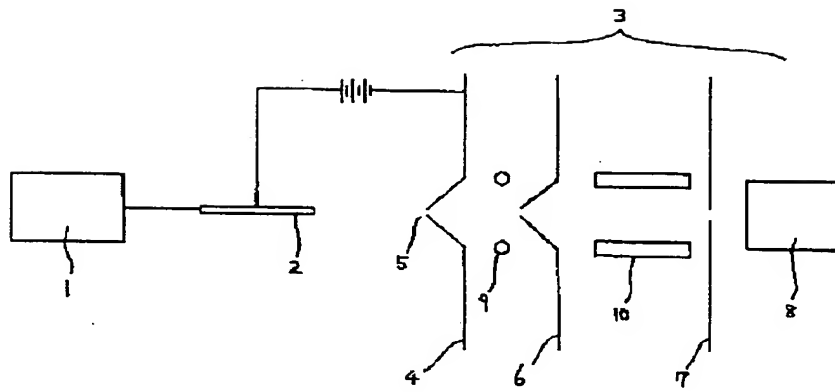
【発明の実施の形態】以下、図面を参照して、本発明の実施の形態を説明する。図3は、本発明にかかるエレクトロスプレー・イオン源の一実施例を示したものである。このうち、（a）は一実施例の全体図、（b）は主要部の拡大図である。図3（a）中、キャピラリー2を含む霧化ノズル11の軸線と、質量分析計の対向電極4に設けられたサンプリング・オリフィス5の軸線とは、お互いに直角に交差するように配置されている。キャピラリー2を含む霧化ノズル11と対向電極4の間には、数kVの高電圧が印加されていて、強い電界が形成されている。この電界の作用により、キャピラリー2を含む霧化ノズル11の内部の溶液試料（例えばLC移動相）は、大気圧下、キャピラリー2を含む霧化ノズル11と対向電極4との間の空間に静電噴霧され、荷電液滴となって乾燥ガス12の中に分散される。このときの溶液試料の流量は、毎分1～1000マイクロリットルである。このとき生成する荷電液滴は、試料分子の回りに溶媒分子が集まってクラスター状になった帯電粒子なので、熱を加えて溶媒分子を気化させると、試料分子のイオンだけに行うことができる。

【0018】この帯電粒子から溶媒分子を取り除く目的で、キャピラリー2を含む霧化ノズル11の先端部は、筒状ヒーター15の円筒状のヒーター穴の中程に挿入され、ほぼ同心・同軸状に配置・固定されている。筒状ヒーター15の電位は、質量分析計の対向電極4と同電位になるように設定されているため、キャピラリー2を含む霧化ノズル11と筒状ヒーター15の内壁16の間には強い電界が発生し、キャピラリー2を含む霧化ノズル11の先端部から静電噴霧されて帯電した試料液滴は、筒状ヒーター15の内壁方向に向かって拡散される。

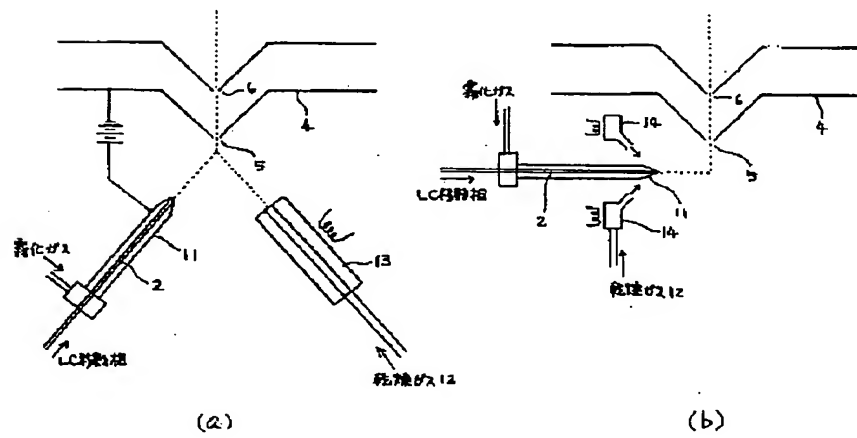
【0019】尚、このときの電位は、生成する帯電粒子が正の電荷を帯びる場合は、筒状ヒーター15の電位はキャピラリー2を含む霧化ノズル11の電位に対してマイナス側の電位になるように、また、生成する帯電粒子が負の電荷を帯びる場合は、筒状ヒーター15の電位はキャピラリー2を含む霧化ノズル11の電位に対してプラス側の電位になるように設定される。図3（a）の例は、生成する帯電粒子が正の電荷を帯びている場合を示している。

【0020】ヒーター穴の中（霧化ノズル11の周囲）には、筒状ヒーター15によって加熱された窒素ガスな

【図1】



【図2】



【図3】

